

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

NOTIFICATION D'ELECTION

(règle 61.2 du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

Commissioner
US Department of Commerce
United States Patent and Trademark
Office, PCT
2011 South Clark Place Room
CP2/5C24
Arlington, VA 22202
ETATS-UNIS D'AMERIQUE
en sa qualité d'office élu

Date d'expédition (jour/mois/année) 21 mars 2001 (21.03.01)	
Demande internationale no PCT/FR00/01985	Référence du dossier du déposant ou du mandataire BR1320/PCT
Date du dépôt international (jour/mois/année) 07 juillet 2000 (07.07.00)	Date de priorité (jour/mois/année) 09 juillet 1999 (09.07.99)
Déposant CHENET, Pierre etc	

1. L'office désigné est avisé de son élection qui a été faite:

☒ dans la demande d'examen préliminaire international présentée à l'administration chargée de l'examen préliminaire international le:

30 janvier 2001 (30.01.01)

☐ dans une déclaration visant une élection ultérieure déposée auprès du Bureau international le:

2. L'élection ☒ a été faite

☐ n'a pas été faite

avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité ou, lorsque la règle 32 s'applique, dans le délai visé à la règle 32.2b).

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse no de télécopieur: (41-22) 740.14.35	Fonctionnaire autorisé Maria Kirchner no de téléphone: (41-22) 338.83.38
--	--

PCT

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire BR1320/PCT	POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après	
D mande internationale n° PCT/FR 00/ 01985	Date du dépôt international(jour/mois/année) 07/07/2000	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 09/07/1999
Déposant OPECTRON INDUSTRIES		

L présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 03 feuilles.

☒ Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

1. Base du rapport

- a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.
- ☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.
- b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :
- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).

3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

4. En ce qui concerne le titre,

- ☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.
- ☐ Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

5. En ce qui concerne l'abrégé,

- ☒ le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant
- ☐ le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

6. La figure des dessins à publier avec l'abrégé est la Figur n°

- ☐ suggérée par le déposant.
- ☐ parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.
- ☐ parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

☐ Aucune des figures n'est à publier.

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 D01F8/10 G02B6/16

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 D01F G02B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 493 997 A (NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE) 14 mai 1982 (1982-05-14) cité dans la demande le document en entier ----	1-17
A	FR 2 405 806 A (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 11 mai 1979 (1979-05-11) cité dans la demande le document en entier ----	1-17
A	FR 2 252 586 A (MITSUBISHI RAYON CO) 20 juin 1975 (1975-06-20) le document en entier ----	1-17
A	EP 0 190 656 A (SUMITOMO CHEMICAL CO) 13 août 1986 (1986-08-13) le document en entier ----- -/--	1-17

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

30 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

07/11/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Tarrida Torrell, J

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 004, no. 156 (P-034), 31 octobre 1980 (1980-10-31) & JP 55 103504 A (NIPPON TELEGR & TELEPH CORP), 7 août 1980 (1980-08-07) abrégé -----	1-17
A	EP 0 584 632 A (BASF AG) 2 mars 1994 (1994-03-02) le document en entier -----	1-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01985



Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2493997 A	14-05-1982	JP 1667883 C	29-05-1992
		JP 3023885 B	29-03-1991
		JP 57081205 A	21-05-1982
		JP 1674493 C	26-06-1992
		JP 3024641 B	03-04-1991
		JP 57084403 A	26-05-1982
		JP 58068003 A	22-04-1983
		DE 3144658 A	16-09-1982
		GB 2089352 A,B	23-06-1982
		NL 8105088 A,B,	01-06-1982
		US 4381269 A	26-04-1983
FR 2405806 A	11-05-1979	US 4161500 A	17-07-1979
		BE 871239 A	13-04-1979
		CA 1120197 A	16-03-1982
		DE 2844754 A	26-04-1979
		DE 2858163 C	15-06-1989
		DE 2858225 C	31-03-1988
		GB 2006790 A,B	10-05-1979
		IT 1099911 B	28-09-1985
		JP 1294480 C	26-12-1985
		JP 54065555 A	26-05-1979
		JP 60018963 B	14-05-1985
		JP 1771519 C	30-06-1993
		JP 4045802 B	28-07-1992
		JP 61005206 A	11-01-1986
		JP 1294518 C	26-12-1985
		JP 58083010 A	18-05-1983
		JP 60018964 B	14-05-1985
		JP 58078103 A	11-05-1983
		NL 7810326 A,B,	18-04-1979
FR 2252586 A	20-06-1975	JP 959174 C	14-06-1979
		JP 50083046 A	04-07-1975
		JP 53042260 B	10-11-1978
		DE 2455265 A	26-06-1975
		GB 1449950 A	15-09-1976
		US 3993834 A	23-11-1976
EP 0190656 A	13-08-1986	JP 61176902 A	08-08-1986
		CA 1261566 A	26-09-1989
JP 55103504 A	07-08-1980	JP 58016163 B	30-03-1983
EP 0584632 A	02-03-1994	DE 4227869 A	24-02-1994
		AT 137511 T	15-05-1996
		DE 59302427 D	05-06-1996
		ES 2086162 T	16-06-1996
		US 5567785 A	22-10-1996

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire BR1320/PCT		POUR SUITE A DONNER voir la notification de transmission du rapport d'examen préliminaire international (formulaire PCT/IPEA/416)	
Demande internationale n° PCT/FR00/01985		Date du dépôt international (jour/mois/année) 07/07/2000	Date de priorité (jour/mois/année) 09/07/1999
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB D01F8/10			
Déposant OPECTRON INDUSTRIES et al.			
<p>1. Le présent rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international, est transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 4 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Il est accompagné d'ANNEXES, c'est-à-dire de feuilles de la description, des revendications ou des dessins, qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou de feuilles contenant des rectifications faites auprès de l'administration chargée de l'examen préliminaire international (voir la règle 70.16 et l'instruction 607 des Instructions administratives du PCT).</p> <p>Ces annexes comprennent 1 feuilles.</p>			
<p>3. Le présent rapport contient des indications relatives aux points suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> I <input checked="" type="checkbox"/> Base du rapport II <input type="checkbox"/> Priorité III <input type="checkbox"/> Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle IV <input type="checkbox"/> Absence d'unité de l'invention V <input checked="" type="checkbox"/> Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration VI <input type="checkbox"/> Certains documents cités VII <input type="checkbox"/> Irrégularités dans la demande internationale VIII <input type="checkbox"/> Observations relatives à la demande internationale 			
Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 30/01/2001		Date d'achèvement du présent rapport 17.08.2001	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international:  Office européen des brevets D-80298 Munich Tél. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465		Fonctionnaire autorisé Balmer, J-P N° de téléphone +49 89 2399 8520 	

**RAPPORT D'EXAMEN
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/01985

I. Base du rapport

1. En ce qui concerne les éléments de la demande internationale (les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)):

Description, pages:

2-17 version initiale

1 reçue(s) le 01/09/2000 avec la lettre du 31/08/2000

Revendications, N°:

1-17 version initiale

Dessins, feuilles:

1/1 version initiale

2. En ce qui concerne la langue, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point.

Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :

- ☐ la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
- ☐ la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
- ☐ la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3).

3. En ce qui concerne les séquences de nucléotides ou d'acide aminés divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences :

- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences Présenté par écrit, a été fournie.

**RAPPORT D'EXAMEN
PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL**

Demande internationale n° PCT/FR00/01985

4. Les modifications ont entraîné l'annulation :

- ☐ de la description, pages :
- ☐ des revendications, n° :
- ☐ des dessins, feuilles :

5. ☐ Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle 70.2(c)) :

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

6. Observations complémentaires, le cas échéant :

V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui : Revendications 1-17
	Non : Revendications
Activité Inventive	Oui : Revendications 1-17
	Non : Revendications
Possibilité d'application industrielle	Oui : Revendications 1-17
	Non : Revendications

2. Citations et explications
voir feuille séparée

Ad section V

1. Il est fait référence au document suivant:

D1: FR-A-2 493 997

2. Le procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en polymère décrit en tant que tel dans la revendication 1 ainsi que l'installation de mise en oeuvre du procédé décrite en tant que telle dans la revendication 16 ne sont pas connus de l'état de la technique.

En conséquence l'objet des revendications 1-17 est nouveau conformément à l'Article 33(2) PCT.

3. Le document D1 est considéré comme l'état de la technique le plus proche.
D1 décrit un procédé de fabrication de fibre optique en polymère ayant un degré d'atténuation de la lumière réduit.

La présente invention s'en distingue par la préparation du polymère qui est une polymérisation en suspension et non une polymérisation en masse. De plus le procédé de la présente invention est discontinu.

L'utilisation d'un procédé discontinu en combinaison avec une polymérisation en suspension ne fait pas partie des mesures que l'homme du métier aurait considérées de façon évidente afin de réduire l'atténuation de la lumière dans une fibre optique. De plus cette solution n'est pas suggérée par l'état de la technique.

En conséquence l'objet des revendications 1-17 implique une activité inventive selon l'Article 33(3) PCT.

4. La présente invention remplit les conditions d'applicabilité industrielle selon l'Article 33(4) PCT.

18-09-2000

J0951640.2 - FR00/01985

PCT/FR 00 / ISA-DESC25

01 SEP. 2000

- 1 -

Procédé et installation pour la fabrication d'une fibre optique

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une fibre optique en matières polymères à faibles pertes de transmission, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un autre ester (méth)acrylique, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

La présente invention concerne également une installation pour la mise en œuvre de ce procédé.

10

L'un des problèmes auxquels sont confrontés les industriels qui fabriquent des fibres optiques en matières polymères est de réduire au minimum la quantité de défauts, d'impuretés et de poussières dans le polymère d'âme, parce qu'elles absorbent ou diffusent la lumière et, ainsi, augmentent l'atténuation de la lumière transmise dans la fibre optique.

15

Un procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste premièrement à préparer un barreau cylindrique plein formé d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle, puis, deuxièmement, à fibrer, à l'état fondu, ce barreau cylindrique plein, par extrusion. Le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique peut être appliqué par coextrusion ou revêtement à partir d'une solution.

20

Un tel procédé est notamment décrit dans le brevet français n° 2405806. L'une des difficultés d'un tel procédé réside dans l'obtention d'un cylindre plein du polymère de l'âme, qui est préparé par polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle purifié. Un contrôle total de la polymérisation, et notamment des échanges de chaleur, est indispensable pour éviter toute formation de bulles.

25

Un autre procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste en un procédé continu selon lequel les monomères pour former l'âme de la fibre, essentiellement du méthacrylate de méthyle, l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne sont distillés et purifiés en condition obturée ou étanche. Ensuite, un récipient de polymérisation est chargé des matériaux ainsi distillés et la polymérisation radicalaire en masse est effectuée en chauffant sous pression réduite.

30

35 polymérisation radicalaire en masse est effectuée en chauffant sous pression réduite.

Date: 16-02-2001

RECHERCHES



101030959 ✓

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Translation

6

Applicant's or agent's file reference BR1320/PCT	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/FR00/01985	International filing date (day/month/year) 07 July 2000 (07.07.00)	Priority date (day/month/year) 09 July 1999 (09.07.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC D01F 8/10		
Applicant OPTECTRON INDUSTRIES		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.
2. This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet.



This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 1 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 30 January 2001 (30.01.01)	Date of completion of this report 17 August 2001 (17.08.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR00/01985

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of *(Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.)*:

- ☐ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages 2-17, as originally filed,
 pages _____, filed with the demand,
 pages 1, filed with the letter of 01 September 2000 (01.09.2000),
 pages _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the claims, Nos. 1-17, as originally filed,
 Nos. _____, as amended under Article 19,
 Nos. _____, filed with the demand,
 Nos. _____, filed with the letter of _____,
 Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☒ the drawings, sheets/fig 1/1, as originally filed,
 sheets/fig _____, filed with the demand,
 sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
 sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/FR 00/01985

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-17	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1. Reference is made to the following document:

D1: FR-A-2 493 997.

2. The batch process for producing an optical fiber made of a polymer, described as such in Claim 1, and the installation for carrying out the process, described as such in Claim 16, are not known from the prior art.

Therefore, the subject matter of Claims 1-17 is novel (PCT Article 33(2)).

3. Document D1 is considered the closest prior art. D1 describes a method for producing an optical fiber made of a polymer having a reduced degree of light attenuation.

The present invention is different from this by virtue of the preparation of the polymer, which is a suspension polymerization and not a bulk polymerization. Moreover, the method of the present invention is a batch process.

The use of a batch process in combination with a suspension polymerization is not part of the measures that a person skilled in the art would have

obviously considered taking in order to reduce light attenuation in an optical fiber.

Furthermore, this solution is not suggested in the prior art.

Therefore, the subject matter of Claims 1-17 involves an inventive step according to PCT Article 33(3).

4. The present invention meets the industrial applicability requirements of PCT Article 33(4).

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/FR 00/01985

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 D01F8/10 G02B6/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 D01F G02B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 493 997 A (NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE) 14 May 1982 (1982-05-14) cited in the application the whole document	1-17
A	FR 2 405 806 A (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 11 May 1979 (1979-05-11) cited in the application the whole document	1-17
A	FR 2 252 586 A (MITSUBISHI RAYON CO) 20 June 1975 (1975-06-20) the whole document	1-17
A	EP 0 190 656 A (SUMITOMO CHEMICAL CO) 13 August 1986 (1986-08-13) the whole document	1-17
-/-		

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 October 2000

Date of mailing of the international search report

07/11/2000

Name and mailing address of the ISA

Authorized officer

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. Patent Application No.

PCT/FR 00/01985

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 004, no. 156 (P-034), 31 October 1980 (1980-10-31) & JP 55 103504 A (NIPPON TELEGR & TELEPH CORP), 7 August 1980 (1980-08-07) abstract	1-17
A	EP 0 584 632 A (BASF AG) 2 March 1994 (1994-03-02) the whole document	1-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01985

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2493997 A	14-05-1982	JP 1667883 C	29-05-1992
		JP 3023885 B	29-03-1991
		JP 57081205 A	21-05-1982
		JP 1674493 C	26-06-1992
		JP 3024641 B	03-04-1991
		JP 57084403 A	26-05-1982
		JP 58068003 A	22-04-1983
		DE 3144658 A	16-09-1982
		GB 2089352 A,B	23-06-1982
		NL 8105088 A,B,	01-06-1982
		US 4381269 A	26-04-1983
FR 2405806 A	11-05-1979	US 4161500 A	17-07-1979
		BE 871239 A	13-04-1979
		CA 1120197 A	16-03-1982
		DE 2844754 A	26-04-1979
		DE 2858163 C	15-06-1989
		DE 2858225 C	31-03-1988
		GB 2006790 A,B	10-05-1979
		IT 1099911 B	28-09-1985
		JP 1294480 C	26-12-1985
		JP 54065555 A	26-05-1979
		JP 60018963 B	14-05-1985
		JP 1771519 C	30-06-1993
		JP 4045802 B	28-07-1992
		JP 61005206 A	11-01-1986
		JP 1294518 C	26-12-1985
		JP 58083010 A	18-05-1983
		JP 60018964 B	14-05-1985
		JP 58078103 A	11-05-1983
		NL 7810326 A,B,	18-04-1979
FR 2252586 A	20-06-1975	JP 959174 C	14-06-1979
		JP 50083046 A	04-07-1975
		JP 53042260 B	10-11-1978
		DE 2455265 A	26-06-1975
		GB 1449950 A	15-09-1976
		US 3993834 A	23-11-1976
EP 0190656 A	13-08-1986	JP 61176902 A	08-08-1986
		CA 1261566 A	26-09-1989
JP 55103504 A	07-08-1980	JP 58016163 B	30-03-1983
EP 0584632 A	02-03-1994	DE 4227869 A	24-02-1994
		AT 137511 T	15-05-1996
		DE 59302427 D	05-06-1996
		ES 2086162 T	16-06-1996
		US 5567785 A	22-10-1996

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
18 janvier 2001 (18.01.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/04394 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷: D01F 8/10,
G02B 6/16

(74) Mandataires: GAUCHERAND, Michel etc.; IXAS Con-
seil, 15, rue Emile Zola, F-69002 Lyon (FR).

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/01985

(81) États désignés (*national*): AE, AG, AL, AM, AU, AZ, BA,
BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, DZ, EE,
GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,
KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MA, MD, MG, MK,
MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, RO, RU, SD, SG, SI, SK,
SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA,
ZW.

(22) Date de dépôt international: 7 juillet 2000 (07.07.2000)

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

(84) États désignés (*régional*): brevet européen (AT, BE, CH,
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE).

(30) Données relatives à la priorité:
99/09124 9 juillet 1999 (09.07.1999) FR

Publiée:

- Avec rapport de recherche internationale.
- Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues.

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*): OPTEC-
TRON INDUSTRIES [FR/FR]; Z.A. Courtaboeuf, 16, av-
enue de Scandinavie, F-91942 Les Ulis Cedex (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*): CHENET,
Pierre [FR/FR]; 26, rue du 11 Novembre, F-92160 Antony
(FR). EROUT, Marie-Noëlle [FR/FR]; 34, rue d'Estienne
d'Orves, F-91370 Verrières-le-Buisson (FR).

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR MAKING AN OPTICAL FIBRE

(54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION POUR LA FABRICATION D'UNE FIBRE OPTIQUE

(57) Abstract: The invention concerns a discontinuous method for making an optical fibre in polymer materials, the fibre core being based on methyl methacrylate. Said method is implemented in an in-line installation sealed from outside, starting from a raw material purifying device and moving up to a spinning device, passing through an intermediate storage zone. The fibre core is prepared from polymer beads based on purified methyl methacrylate obtained by polymerisation in an aqueous suspension. The invention also concerns an in-line installation for implementing said method.

(57) Abrégé: L'invention a pour objet un procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères, l'âme de la fibre étant à base de méthacrylate de méthyle. Ce procédé est mis en oeuvre dans une installation en ligne étanche vis-à-vis de l'extérieur, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par une zone de stockage intermédiaire. L'âme de la fibre est préparée à partir de billes d'un polymère à base de méthacrylate de méthyle purifié obtenue par polymérisation en suspension aqueuse. L'invention a aussi pour objet une installation en ligne pour la mise en oeuvre de ce procédé.

WO 01/04394 A1

Procédé et installation pour la fabrication d'une fibre optique

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une fibre optique en matières polymères à faibles pertes de transmission, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un autre ester (méth)acrylique, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

La présente invention concerne également une installation pour la mise en œuvre de ce procédé.

L'un des problèmes auxquels sont confrontés les industriels qui fabriquent des fibres optiques en matières polymères est de réduire au minimum la quantité de défauts, d'impuretés et de poussières dans le polymère d'âme, parce qu'elles absorbent ou diffusent la lumière et, ainsi, augmentent l'atténuation de la lumière transmise dans la fibre optique.

Un procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste premièrement à préparer un barreau cylindrique plein formé d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle, puis, deuxièmement, à fibrer, à l'état fondu, ce barreau cylindrique plein, par extrusion. Le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique peut être appliqué par coextrusion ou revêtement à partir d'une solution.

Un tel procédé est notamment décrit dans le brevet français n° 2405806. L'une des difficultés d'un tel procédé réside dans l'obtention d'un cylindre plein du polymère de l'âme, qui est préparé par polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle purifié. Un contrôle total de la polymérisation, et notamment des échanges de chaleur, est indispensable pour éviter toute formation de bulles.

Un autre procédé connu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères consiste en un procédé continu selon lequel les monomères pour former l'âme de la fibre, essentiellement du méthacrylate de méthyle, l'initiateur de polymérisation et l'agent de transfert de chaîne sont distillés et purifiés en condition obturée ou étanche. Ensuite, un récipient de polymérisation est chargé des matériaux ainsi distillés et la polymérisation radicalaire en masse est effectuée en chauffant sous pression réduite.

Le polymère résultant, dont la température n'est pas abaissée à la température de transition vitreuse ou moins, est continuellement amené à un dispositif de filage afin d'obtenir, par la suite, une fibre.

5

Un tel procédé est notamment décrit dans le brevet français n° 2493997.

Comme dans le procédé précédent, la polymérisation radicalaire en masse doit être totalement et précisément contrôlée. En effet, la température de régulation est ici
10 particulièrement importante car la polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle est fortement exothermique et peut s'accélérer d'une manière dangereuse. Au niveau industriel, l'exothermie de la réaction de polymérisation génère des problèmes de sécurité, complexes à gérer.

15 Toutefois, malgré les inconvénients précités de la polymérisation radicalaire en masse du méthacrylate de méthyle, ce type de polymérisation est actuellement recommandé dans de nombreuses publications et préféré à la polymérisation en suspension aqueuse du méthacrylate de méthyle.

20 Ainsi, selon le brevet français n° 2493997, la préparation de l'âme de la fibre optique en polyméthacrylate de méthyle par polymérisation en suspension nécessite une quantité importante d'eau, le polymère résultant étant alors facilement contaminé de matières étrangères optiques contenues dans cette eau. Par ailleurs, toujours selon ce brevet français, un autre inconvénient de ce type de polymérisation provient de la possibilité de
25 la contamination du polyméthacrylate de méthyle par des matières étrangères optiques lors de l'étape de déshydratation du polymère. De plus, il est encore précisé, dans ce brevet français, qu'une étape de mise en forme de boulette ou de pré-mise en forme du polymère résultant est requise pour mettre en forme ou filer le polymère à l'état fondu. Or, il est alors à craindre que le polymère soit contaminé de matières étrangères
30 optiques au cours de l'étape de mise en forme de boulette pour le polymère ou d'une étape d'alimentation d'un tel polymère en forme de boulette vers un dispositif de fabrication de fibres, ou que le polymère soit oxydé par l'air, parce que le dispositif de préparation du polymère est séparé du dispositif de fabrication des fibres dans la plupart des cas.

- 3 -

Selon les demandes de brevet japonais, publiées avant examen sous les numéros 58 88,701 et 58 88,702, une perte importante de transmission optique de 890 db/km (à une longueur d'onde de 646 nm) et de 1060 db/km (à une longueur d'onde de 577 nm) est constatée quand le polyméthacrylate de méthyle est préparé par polymérisation en suspension aqueuse.

Après des recherches importantes des présents inventeurs, il a été trouvé, de manière surprenante, qu'il est possible de fabriquer une fibre optique en matières polymères présentant de faibles pertes de transmission, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère obtenu par polymérisation en suspension aqueuse de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un autre ester (méth)acrylique, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

Plus précisément, la présente invention a pour objet une procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme.

Le procédé selon l'invention est caractérisé en ce qu'il est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par les différents dispositifs de l'installation en ligne et les différents moyens de transfert reliant les différents dispositifs de l'installation en ligne, cette installation étant prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières, ainsi qu'à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets.

En outre, le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes :

- (1) on prépare des billes du premier polymère par polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle purifié et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique purifié autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, la polymérisation étant conduite en

présence d'au moins un agent initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, et en l'absence quasi totale d'inhibiteur de polymérisation et d'impuretés, telles que :

- 5 (a) le biacétylène, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation ;
- (b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible ;
- (c) des poussières ou de particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été filtrées
10 avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron ;

la polymérisation étant également conduite sous agitation, sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

- 15 (2) à l'issue de l'étape (1), on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépoussiérée, et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte, et, sous cette atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire ;
- (3) dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte, on transfère au moins une partie des billes obtenues à l'issue de l'étape (2), depuis le ou les
20 réservoirs intermédiaires, jusqu'à un dispositif de coextrusion et on coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme ;
- (4) on refroidit, de façon progressive et contrôlée, la fibre obtenue à la sortie du dispositif de coextrusion de manière à éviter la trempe du premier polymère
25 constitutif de l'âme de la fibre, et on procède à l'étirement de la fibre afin d'obtenir une fibre de diamètre total moyen pouvant varier de 250 à 2000 microns.

Une première caractéristique importante du procédé selon l'invention réside dans son
30 caractère discontinu grâce à la présence d'au moins un réservoir intermédiaire prévu pour les billes du premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle.

Ce ou ces réservoirs intermédiaires, qui sont prévus en amont du dispositif de coextrusion, assurent le stockage des billes séchées du premier polymère et constituent l'une des alimentations du dispositif de coextrusion.

- 5 La présence du ou des réservoirs intermédiaires permet de limiter la dépendance de l'étape de coextrusion d'avec les étapes de préparation des billes séchées du premier polymère et, par conséquent, de simplifier le procédé selon l'invention.

10 Une seconde caractéristique importante du procédé selon l'invention réside dans le fait qu'il est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par tous les différents dispositifs de cette installation et tous les différents moyens de transfert reliant ces différents dispositifs, et dans le fait que l'intégralité de cette installation en ligne est prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, en
15 particulier les rayonnements ultraviolets. Dès lors, le (ou les) réservoir intermédiaire évoqué ci-dessus, qui appartient à l'installation en ligne conforme à la présente invention, est également prévu étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, de sorte que le stockage des billes séchées du premier polymère s'effectue dans des conditions étanches vis-à-vis de l'extérieur.

20 Grâce à l'installation selon l'invention, il est possible d'empêcher la contamination du premier polymère au moyen de poussières et d'impuretés provenant de l'environnement extérieur à l'installation.

25 Egalement, afin de fabriquer une fibre optique à faibles pertes de transmission, le méthacrylate de méthyle et l'éventuel autre ester (méth)acrylique servant à préparer le premier polymère sont purifiés et distillés afin d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés telles que celles citées dans l'étape (1) du procédé selon l'invention.

30 En particulier, les ions des métaux de transition, spécialement ceux du cobalt, du chrome, du cuivre, du nickel, du fer et du manganèse donnent de fortes absorption dans la lumière visible. C'est pourquoi, il est préférable de réduire la quantité de chacun de ces ions à au plus :

- 1 ppb pour le cobalt,
- 50 ppb pour le fer,
- 50 ppb pour le manganèse,
- 5 - 5 ppb pour le chrome,
- 10 ppb pour le cuivre,
- 10 ppb pour le nickel,

les quantités précitées, exprimées en ppb (ou parties par billion), étant rapportées à la
10 quantité totale des monomères introduits dans le réacteur de polymérisation.

Avantageusement, on purifie le méthacrylate de méthyle et le ou les autres esters méthacryliques, servant à préparer les billes du premier polymère par polymérisation en suspension aqueuse, en les soumettant séparément à :

- 15 - une opération de filtration sur lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;
- suivie d'au moins deux opérations successives de distillation sous vide partiel et
20 sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré de sorte qu'à l'issue de ces opérations de distillation, soit éliminée la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyle et des ions de métaux de transition ; le gaz inerte utilisé lors des distillations est généralement de l'azote et la pression partielle est généralement comprise entre 5000 et 50000 Pascal, de préférence de l'ordre de
25 10000 Pascal ;
- et, enfin, une opération de filtration sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1 μm .

Ensuite, le méthacrylate de méthyle purifié et, le cas échéant, le ou les autres esters
30 (méth)acryliques purifiés sont acheminés directement vers le réacteur de polymérisation, par l'intermédiaire de moyens hermétiquement fermés, c'est-à-dire

étanches à l'air extérieur et aux poussières, ainsi que à l'abri de la lumière, plus particulièrement des rayonnements ultraviolets, tout en les maintenant dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré. A titre de gaz inerte, on utilise de préférence de l'azote. En outre, le gaz inerte est dépoussiéré, c'est-à-dire qu'il a été
5 filtré pour en éliminer les poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1 μm . Cette définition d'un gaz dépoussiéré est valable pour l'ensemble de la description de la présente invention.

Une troisième caractéristique importante du procédé selon l'invention réside dans le fait
10 que l'on utilise une polymérisation en suspension aqueuse pour préparer les billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique. Pour ce faire, on utilise de l'eau qui est à la fois déminéralisée, filtrée et désoxygénée, afin d'atteindre les degrés de pureté (a), (b) et (c) susmentionnés dans la définition générale du procédé selon l'invention.

15 De façon surprenante, on a trouvé qu'il est possible de fabriquer une fibre optique ayant d'excellentes caractéristiques de transmission optique si l'on respecte l'ensemble des conditions opératoires énoncées dans la revendication 1 et rappelées ci-dessus.

20 De préférence, on purifie également au moins l'un des agents utiles à la réalisation de la réaction de polymérisation en suspension aqueuse, de préférence encore tous les agents utilisés, comme suit :

- on purifie l'agent initiateur de polymérisation soit par distillation, soit par
25 recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent initiateur de polymérisation purifié dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

30 - on purifie l'agent de transfert de chaîne par distillation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent de transfert de chaîne distillé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une
35 atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré ;

- 5 - on purifie l'agent de suspension par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et on transfère l'agent de suspension recristallisé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

10 Dans la présente invention, le premier polymère servant à former l'âme de la fibre optique est à base essentiellement de méthacrylate de méthyle et contient, de préférence, au moins 70 moles % de méthacrylate de méthyle, de préférence encore, au moins 90 moles % de méthacrylate de méthyle, ces pourcentages étant rapportés au nombre total de moles de monomères vinyliques servant à préparer le premier polymère.

- 15 A titre d'ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, on peut utiliser, pour préparer le premier polymère, un ou plusieurs monomères choisis dans le groupe constitué par l'acrylate d'éthyle, le méthacrylate d'éthyle, l'acrylate de méthyle, l'acrylate de propyle, le méthacrylate de propyle, l'acrylate de butyle et le méthacrylate de butyle.

20

La réalisation de la réaction de polymérisation en suspension aqueuse nécessite l'utilisation d'au moins un agent initiateur de polymérisation, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, ces agents étant, de préférence, préalablement purifiés.

25

- 30 A titre d'agent initiateur de polymérisation, il est souhaitable d'utiliser un agent favorisant l'obtention d'une fibre optique ayant de faibles pertes de transmission dans la région de la lumière visible et ayant des températures de décomposition inférieures à 110° C. A cet égard, on peut citer les agents initiateurs de polymérisation de type azoïque comme le 2,2'azobisisobutyronitrile, connu pour son haut degré de pureté, son influence relativement faible dans la région du visible et sa température optimale d'utilisation entre 50 et 80° C.

Les agents initiateurs de polymérisation précités peuvent être combinés avec d'autres ayant des températures de décomposition supérieures à 110° C. A cet égard, on peut citer des composés de type alkylazo comme l'azo-tert-butane, l'azo-n-butane, l'azo-iso-propane et l'azo-n-propane.

A titre d'agent de transfert de chaîne convenant au procédé selon l'invention, on peut citer des composés de la famille des mercaptans linéaires comme le n-butyl mercaptan, le n-propyl mercaptan, le n-dodécyl mercaptan ; des composés de la famille des mercaptans secondaires comme l'isopropylmercaptan ou des composés de la famille des mercaptans tertiaires comme le tertibutyl mercaptan.

A titre d'agents de suspension convenant au procédé selon l'invention, on peut citer les alcools polyvinyliques, avec un taux d'hydrolyse au moins égal à 75 %, de préférence 85-90 % ; les éthers de cellulose tels que l'hydroxyéthylcellulose ; le phosphate de calcium tribasique ; les homopolymères de l'acide acrylique ou méthacrylique ou les copolymères d'au moins 50 % en poids de ces acides avec des comonomères copolymérisables avec eux, notamment le méthacrylate de méthyle, ces homo- ou copolymères étant utilisés de façon préférée sous la forme de sels de métaux alcalins ou de sels d'ammonium, ou bien sous leur forme neutralisée avec le phosphate disodique. Parmi les agents de suspension précités, on utilise de préférence les homo- et copolymères salifiés en raison de leur caractère hydrophile qui facilite leur élimination lors du lavage des billes du premier polymère.

Conformément à une variante préférée du procédé selon l'invention, les différentes matières premières utiles à la préparation du premier polymère, à savoir l'eau déminéralisée et dépoussiérée, les monomères purifiés et les agents de suspension, de transfert de chaîne et d'initiation de la polymérisation, sont introduits séparément dans des récipients hermétiquement fermés et balayés par un gaz inerte. Ces récipients sont directement reliés au réacteur de polymérisation avec, comme intermédiaire, un doseur pour chaque récipient. En outre, l'introduction des matières dans le réacteur de polymérisation est, de préférence, conduite selon les étapes suivantes :

- 10 -

- premièrement, on introduit, dans le réacteur, une quantité déterminée d'eau déminéralisée et dépoussiérée provenant directement d'un système de production d'eau ultra-pure, puis on introduit l'agent de suspension en solution dans l'eau, filtré à un seuil de $0,1 \mu\text{m}$ dans l'ampoule de dosage, avantageusement par l'intermédiaire d'un septum, l'agent de suspension étant avantageusement introduit en imposant une pression légèrement inférieure à la pression atmosphérique dans le réacteur. On chauffe cette eau à la température de polymérisation et, simultanément, on y fait buller un gaz inerte, de préférence de l'azote, afin d'éliminer l'oxygène dissout dans l'eau. Cette étape est généralement assez longue et peut durer plusieurs heures ;
- ensuite, toute la phase organique comprenant les monomères purifiés, l'agent de transfert de chaîne, le ou les initiateurs de polymérisation, sont introduits dans le réacteur, via un filtre de porosité $0,1 \mu\text{m}$, par exemple en poussant avec de l'azote dépoussiéré ; toute la phase organique, y compris l'initiateur de polymérisation, est ajoutée, de préférence en une seule fois ;
- on impose, au milieu réactionnel, une agitation plutôt turbulente.

La réaction de polymérisation en suspension est avantageusement conduite sous une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique ou légèrement supérieure. La température, dans le réacteur de polymérisation, peut varier de 50°C à 110°C .

La réaction de polymérisation est conduite de sorte que le taux de monomères résiduels soit le plus faible possible, de préférence inférieur à 2 % en mole du total des monomères utiles à la mise en œuvre de cette polymérisation.

Avantageusement, la polymérisation en suspension est conduite afin de préparer un premier polymère, sous la forme de billes, dont la masse moléculaire en poids (\overline{M}_w) varie de 100.000 à 200.000 avec une polydispersité (P) de l'ordre de 2.

A l'issue de la réaction de polymérisation, on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépoussiérée, les billes du premier polymère obtenues et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré (c'est-à-dire exempt de poussières ou de particules de diamètre égal ou supérieur à $0,1 \mu\text{m}$) et, sous cette atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire.

Le (ou les) réservoir intermédiaire peut également être l'enceinte thermostatée servant à sécher les billes du premier polymère.

Avantageusement, on effectue un tri parmi les billes obtenues à l'issue de la réaction de polymérisation du premier polymère, afin d'éliminer celles dont le diamètre moyen est inférieur à 200 μm . De préférence encore, pour préparer l'âme de la fibre optique, on n'utilise que les billes du premier polymère dont le diamètre moyen varie de 500 μm à 2 mm.

Avantageusement, on soumet les billes du premier polymère à un traitement anti-électricité statique, avant et/ou pendant l'opération de séchage des billes.

Comme indiqué précédemment, les différents dispositifs pour la séparation, le lavage, l'éventuel tri, le séchage, l'éventuel traitement anti-électricité statique et le stockage des billes du premier polymère, ainsi que les moyens de transfert entre ces dispositifs sont prévus étanches à l'air extérieur, poussières et à l'abri de la lumière, en particulier aux rayonnements ultraviolets.

De préférence, les opérations de séparation, de lavage, de tri, de séchage, de traitement anti-statique, de stockage et de transfert des billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique, sont réalisées sous une atmosphère d'un gaz qui est dépoussiéré et inerte, par exemple de l'azote.

Selon une autre préférence, dans les différents dispositifs pour la séparation, le lavage, l'éventuel tri, le séchage, l'éventuel traitement anti-électricité statique et le stockage des billes du premier polymère, ainsi que les moyens de transfert entre ces dispositifs de coextrusion, il est avantageux de travailler en légère surpression par rapport à la pression atmosphérique, ceci afin d'éviter que des poussières puissent rentrer dans l'installation.

Les billes séchées du premier polymère sont ensuite transférées depuis le réservoir intermédiaire jusqu'à un dispositif de coextrusion par l'intermédiaire de moyens étanches et sous une atmosphère d'un gaz dépoussiéré, de préférence inerte. On coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme et, de préférence, sous la forme de billes.

Conformément au procédé selon l'invention, le transfert entre le réservoir intermédiaire et le dispositif de coextrusion s'effectue sans contact avec l'extérieur, les moyens de transfert étant prévus étanches à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, plus spécialement des rayonnements ultraviolets.

La composition de la gaine utilisée dans la présente invention est un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui du cœur. Les polymères utilisables comme gaine sont nombreux. On peut citer notamment des polymères ou copolymères d'esters fluorés d'acide méthacrylique, comme par exemple le poly(trifluoroéthylméthacrylate), le poly(pentafluoropropylméthacrylate), le poly(hexafluoro-propylméthacrylate), le poly(heptafluorobutyl-méthacrylate) ; des copolymères de fluorure de vinylidène (VDF) avec le tétrafluoroéthylène (VDF-TFE) ou l'hexafluoropropène (VDF-HFP) ; des copolymères (VDF-HFP) ou (VDF-TFE) avec des esters fluorés de l'acide (méth)acrylique.

De préférence, pour former la gaine, on choisit des polymères qui sont sensiblement amorphes.

Les billes séchées du premier polymère et le polymère de la gaine, de préférence sous la forme de billes, sont fondus et filés à chaud par passage au travers d'un dispositif de coextrusion comprenant au moins une extrudeuse à vis munie d'une chambre de dégazage pour former l'âme de la fibre et une extrudeuse à vis servant à former la gaine de la fibre, et un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine.

De préférence, l'extrusion du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique est effectuée à une température n'excédant pas 280° C.

A la sortie du dispositif de coextrusion, au niveau de la filière, la température est généralement de l'ordre de 220-250° C.

Pour l'asservissement global de la ligne de coextrusion, et afin d'assurer la régularité du diamètre final de la fibre, on procédera, de préférence, de la manière qui suit :

- 13 -

- un premier asservissement tenant compte des températures des différents corps de l'extrudeuse, des pressions, des vitesses de rotation des vis, permettant d'assurer un débit de matière constant à la sortie de la tête de filière ;
- 5 - un deuxième asservissement permettant d'assurer la régularité du diamètre final de la fibre : asservissement de la vitesse de tirage par la mesure du diamètre en continu dans une zone où la fibre a atteint une température d'environ 80° C ;

10 Cette manière d'opérer permet de s'affranchir de la zone critique où le matériau est dans une phase élastique, qui peut induire une zone de pompage avec de fortes oscillations, et donc des variations de diamètres très importantes.

15 La fibre optique sortant du dispositif de coextrusion est refroidie progressivement, en évitant une chute brutale de la température de la fibre optique qui pourrait dégrader ses propriétés mécaniques et optiques par effet de trempe.

Afin de refroidir progressivement la fibre optique sortant du dispositif de filage, on procède de préférence selon l'une ou l'autre des deux méthodes qui suivent :

- 20 Première méthode : on refroidit la fibre optique à l'aide d'un courant gazeux, puis à l'aide d'eau thermorégulée, par aspersion, pulvérisation et/ou immersion. Le refroidissement à l'aide d'un courant gazeux est, de préférence, réalisé à l'intérieur d'une colonne protectrice entourant la fibre afin d'éviter des perturbations au niveau de la fibre, risquant de modifier sa géométrie, en particulier son diamètre. De préférence
- 25 encore, la colonne protectrice est composée de plusieurs blocs successifs avec canalisation pour la fibre optique, chacun de ces blocs étant chauffés à une température qui décroît quand on s'éloigne du dispositif de filage : ceci permet d'assurer un refroidissement progressif, lent et contrôlé, de la fibre optique jusqu'à obtention d'une température suffisamment basse pour procéder au refroidissement à l'eau sans risque de
- 30 trempe.

Deuxième méthode : on refroidit la fibre à l'aide d'eau thermorégulée, de sorte à ne pas provoquer de chute brutale de la température de la fibre, par aspersion, pulvérisation et/ou immersion.

Parallèlement au refroidissement progressif de la fibre optique, on procède à son étirage en évitant un taux d'étirage trop élevé, qui pourrait conduire à une orientation des chaînes macro-moléculaires trop importante.

- 5 De préférence, le taux d'étirage imposé varie de 1,5 à 6, encore mieux, de 2 à 4 (le taux d'étirage correspond au rapport du carré du diamètre de la filière sur le carré du diamètre de la fibre optique).

10 La présente invention a également pour objet une installation en ligne pour la mise en œuvre du procédé précité.

Cette installation en ligne présente les caractéristiques suivantes :

- 15 - elle est entièrement prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets. Pour ce faire, l'installation, dans son ensemble, est isolé de l'environnement extérieur.

- elle comporte :

20 des moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, des moyens pour purifier au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, ces moyens de purification devant permettre d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés, telles que :

- 25 (a) le biacétyle, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation,
- (b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,
- 30 (c) des poussières ou des particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été, si nécessaire, filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron ;

- 15 -

- au moins un réacteur pour la polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, en présence d'au moins un initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, ce réacteur étant équipé de moyens d'agitation du milieu réactionnel, de moyens permettant d'imposer un léger vide partiel et une légère surpression (relativement à la pression atmosphérique) ;
- des moyens de séparation du polymère obtenu sous forme de billes dans le réacteur de polymérisation en suspension aqueuse ;
- éventuellement, des moyens de tri des billes ;
- des moyens de lavage des billes par de l'eau déminéralisée et dépoussiérée ;
- des moyens de séchage des billes dans une atmosphère d'un gaz dépoussiéré ;
- éventuellement, des moyens permettant de supprimer l'électricité statique des billes ;
- des moyens pour stocker les billes ;
- des moyens pour transférer les billes depuis le réacteur de polymérisation en passant par les moyens de lavage, de séchage et de stockage, jusqu'au dispositif de coextrusion ;
- un dispositif de coextrusion comprenant :
 - au moins une extrudeuse : selon le cas, une extrudeuse à vis munie d'une zone de dégazage pour former l'âme de la fibre optique, ou deux extrudeuses successives avec une zone de dégazage prévue entre les deux extrudeuses ;
 - et une extrudeuse à vis pour fondre et malaxer le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique ;

ainsi qu'un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine ;

- 16 -

- des moyens permettant de refroidir, de façon progressive et contrôlée, la fibre optique sortant de l'installation de coextrusion ;
- des moyens d'étirage de la fibre optique afin d'atteindre un diamètre total moyen de fibre allant de 250 à 2000 microns.

5

Avantageusement, les moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle comportent, successivement :

- 10 - un filtre constitué d'un lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;
- 15 - au moins un dispositif de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré afin d'éliminer la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyle et des ions de métaux de transition ;
- et un filtre permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de
20 diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1 μm .

Un exemple de dispositif de coextrusion convenant à la mise en œuvre du procédé selon l'invention est représenté sur la figure unique jointe à la description.

- 25 D'une manière générale, ce dispositif comprend au moins une extrudeuse (1) munie d'une zone de dégazage pour les billes du premier polymère servant à former l'âme de la fibre optique, une extrudeuse (2) pour former la gaine de la fibre optique dans le dispositif (3) de filage de composite de type âme-dans-gaine.
- 30 La fibre optique (4) sortant du dispositif (3) de filage est refroidie de façon progressive et contrôlée de manière à éviter la trempe du premier polymère constitutif de l'âme de la fibre :

- 17 -

- premièrement dans une zone de refroidissement (5) ayant la forme d'une canalisation verticale, par de l'air ou un gaz inerte ;

- 5 deuxièmement dans une zone de refroidissement (6) à l'aide d'eau thermorégulée par aspersion et/ou pulvérisation et/ou immersion.

Parallèlement au refroidissement dans les zones (5) et (6), la fibre optique est soumise à un étirage dans les conditions précitées.

- 10 La fibre optique est finalement enroulée et stockée sur le cylindre (7).

La portée de la présente invention ne saurait être limitée aux variantes de réalisation précitées et englobe toutes les installations permettant de mettre en œuvre le procédé selon l'invention.

15

REVENDICATIONS

1. Procédé discontinu de fabrication d'une fibre optique en matières polymères, cette fibre comprenant une âme et une gaine, l'âme étant formée d'un premier polymère à base de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'un ester (méth)acrylique différent du méthacrylate de méthyle, la gaine étant formée d'un second polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme, ce procédé étant caractérisé en ce que le procédé est mis en œuvre dans une installation en ligne, allant d'un dispositif de purification des matières premières jusqu'à un dispositif de filage, en passant par les différents dispositifs de l'installation en ligne et les différents moyens de transfert reliant les différents dispositifs de l'installation en ligne, cette installation étant prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières, ainsi qu'à l'abri de la lumière, en particulier les rayonnements ultraviolets, et en ce que le procédé comprend les étapes suivantes :

(1) on prépare des billes du premier polymère par polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle purifié et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique purifié autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, la polymérisation étant conduite en présence d'au moins un agent initiateur de polymérisation radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, et en l'absence quasi totale d'inhibiteur de polymérisation et d'impuretés, telles que :

(a) le biacétylène, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères,

(b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,

(c) des poussières ou des particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration égal à 0,1 micron,

la polymérisation étant également conduite sous agitation, sous une atmosphère d'un gaz inerte ;

5 (2) à l'issue de l'étape (1), on sépare et on lave, à l'aide d'eau déminéralisée et dépourssiérée, et on sèche les billes dans une atmosphère d'un gaz dépourssiéré, de préférence inerte, et, sous cette atmosphère, on stocke les billes séchées dans au moins un réservoir intermédiaire ;

10 (3) toujours dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépourssiéré, on transfère au moins une partie des billes obtenues à l'issue de l'étape (2), depuis le ou les réservoirs intermédiaires, jusqu'à un dispositif de coextrusion et on coextrude l'âme de la fibre à partir desdites billes, ainsi que la gaine de la fibre à partir d'un polymère ayant un indice de réfraction inférieur à celui de l'âme ;

15 (4) on refroidit progressivement la fibre obtenue à la sortie du dispositif de coextrusion de manière à éviter la trempe du premier polymère destiné à constituer l'âme de la fibre et on procède à l'étirement de la fibre afin d'obtenir une fibre de diamètre total moyen pouvant varier de 250 à 2000 microns.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique, est obtenu par polymérisation en suspension aqueuse d'au moins 70 moles % de méthacrylate de méthyle, ce pourcentage étant rapporté au nombre total de moles de monomères vinyliques.

25 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique, est obtenu par polymérisation en suspension aqueuse d'au moins 90 moles % de méthacrylate de méthyle, ce pourcentage étant rapporté au nombre total de moles de monomères vinyliques.

30 4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'ester (méth)acrylique, autre que le méthacrylate de méthyle, utilisé pour préparer le premier polymère, servant à former l'âme de la fibre optique, est choisi dans le groupe constitué par l'acrylate d'éthyle, le méthacrylate d'éthyle, l'acrylate de méthyle, l'acrylate de propyle, le méthacrylate de propyle, l'acrylate de butyle et
35 le méthacrylate de butyle.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on purifie le méthacrylate de méthyle et le ou les esters méthacryliques servant à préparer les billes du premier polymère par polymérisation en suspension aqueuse en les soumettant séparément à :

- une opération de filtration sur lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyle, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;

- suivie d'au moins deux opérations successives de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré de sorte qu'à l'issue de ces opérations de distillation, soit éliminée la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyle et des ions de métaux de transition ;

- et, enfin, une opération de filtration sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1 μm .

et en ce que le méthacrylate de méthyle purifié et le ou les esters (méth)acryliques purifiés sont ensuite acheminés directement vers le réacteur de polymérisation, par l'intermédiaire de moyens hermétiquement fermés, tout en les maintenant dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent initiateur de polymérisation, soit par distillation, soit par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent initiateur de polymérisation purifié dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent de transfert de chaîne par distillation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent de transfert de chaîne distillé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.
8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on purifie l'agent de suspension par recristallisation, en opérant sous atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, et en ce que l'on transfère l'agent de suspension recristallisé dans le réacteur de polymérisation par l'intermédiaire de moyens étanches à l'air extérieur et aux poussières, tout en maintenant cet agent dans une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on effectue la réaction de polymérisation en suspension sous une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique ou légèrement supérieure.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que, parmi les billes séchées du premier polymère, obtenues à l'issue de l'étape (2), on élimine celles dont le diamètre moyen est inférieur à 200 microns.
11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que, pour préparer l'âme de la fibre optique, on ne conserve que les billes séchées du premier polymère dont le diamètre moyen varie de 500 microns à 2 mm.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la polymérisation en suspension est conduite afin de préparer un premier polymère, sous la forme de billes, dont la masse moléculaire moyenne en poids ($\overline{M_w}$) varie de 100.000 à 200.000 avec une polydispersité (P) de l'ordre de 2.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le taux de monomères résiduels n'ayant pas réagi à l'issue de la réaction de polymérisation en suspension est inférieur à 2 moles % rapporté au total des monomères utiles à la mise en œuvre de cette polymérisation.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on effectue les opérations de séparation, de lavage, de séchage, de stockage, et de transfert des billes du premier polymère servant à préparer l'âme de la fibre optique, sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré.
- 5
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on extrude les billes du premier polymère, servant à préparer l'âme de la fibre optique, à une température maximale de 280° C.
- 10
16. Installation en ligne pour la mise en œuvre du procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est entièrement prévue étanche à l'air extérieur, aux poussières et à l'abri de la lumière, et en ce qu'elle comporte :
- des moyens pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, des moyens pour purifier au moins un ester (méth)acrylique autre que le
 - 15 méthacrylate de méthyle, ces moyens de purification devant permettre d'éliminer quasi totalement l'inhibiteur de polymérisation et des impuretés, telles que :
 - (a) le biacétyl, en quantité réduite à au plus 1 ppm rapporté à la quantité totale de monomères introduits dans le réacteur de polymérisation,
 - 20 (b) des ions de métaux de transition susceptibles de donner de fortes absorptions de lumière dans le visible,
 - (c) des poussières ou de particules, les différentes matières premières précitées, utiles à la polymérisation en suspension, ayant été, si nécessaire, filtrées avant polymérisation, avec un seuil de filtration
 - 25 égal à 0,1 micron ;
 - au moins un réacteur pour la polymérisation en suspension de méthacrylate de méthyle et, éventuellement, d'au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle, dans de l'eau déminéralisée, filtrée et désoxygénée, en présence d'au moins un initiateur de polymérisation
 - 30 radicalaire, d'au moins un agent de transfert de chaîne et d'au moins un agent de suspension, ce réacteur étant équipé de moyens d'agitation du

- 23 -

milieu réactionnel, de moyens permettant d'imposer un léger vide partiel et une légère surpression (relativement à la pression atmosphérique) ;

- des moyens de séparation du polymère obtenu sous forme de billes dans le réacteur de polymérisation en suspension aqueuse ;
- 5 - des moyens de lavage des billes par de l'eau déminéralisée et dépoussiérée ;
- éventuellement, des moyens de tri des billes ;
- des moyens de séchage des billes ;
- éventuellement, des moyens pour effectuer un traitement anti électricité statique des billes ;
- 10 - des moyens pour stocker les billes ;
- des moyens pour transférer les billes depuis le réacteur de polymérisation en passant par les moyens de séchage, jusqu'à l'installation de coextrusion ;
- une installation de coextrusion comprenant au moins deux extrudeuses :
 - . une ou deux extrudeuses à vis avec une zone de dégazage pour la
 - 15 formation de l'âme de la fibre optique ;
 - . et une seconde extrudeuse à vis pour fondre et malaxer le second polymère servant à former la gaine de la fibre optique ;
- ainsi qu'un dispositif de filage de composite du type âme-dans-gaine ;
- des moyens permettant de refroidir, de façon progressive et contrôlée, la
- 20 fibre optique sortant de l'installation de coextrusion ;
- des moyens d'étirage de la fibre optique afin d'atteindre un diamètre total moyen de fibre allant de 250 à 2000 microns.

17. Installation en ligne selon la revendication 16, caractérisée en ce que les moyens
- 25 pour purifier le méthacrylate de méthyle et, le cas échéant, au moins un ester (méth)acrylique autre que le méthacrylate de méthyle comportent, successivement :

- un filtre constitué d'un lit d'alumine basique et activée, de préférence sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré, pour éliminer au moins partiellement les composés à hydrogène labile, les composés fortement polaires tels que le biacétyl, ainsi que l'inhibiteur de polymérisation ;
5
- au moins un dispositif de distillation sous vide partiel et sous une atmosphère d'un gaz inerte et dépoussiéré afin d'éliminer la quasi totalité de l'inhibiteur de polymérisation, du biacétyl et des ions de métaux de transition ;
10
- et un filtre permettant d'éliminer la quasi totalité des particules ou poussières de diamètre moyen supérieur ou égal à 0,1 μm .

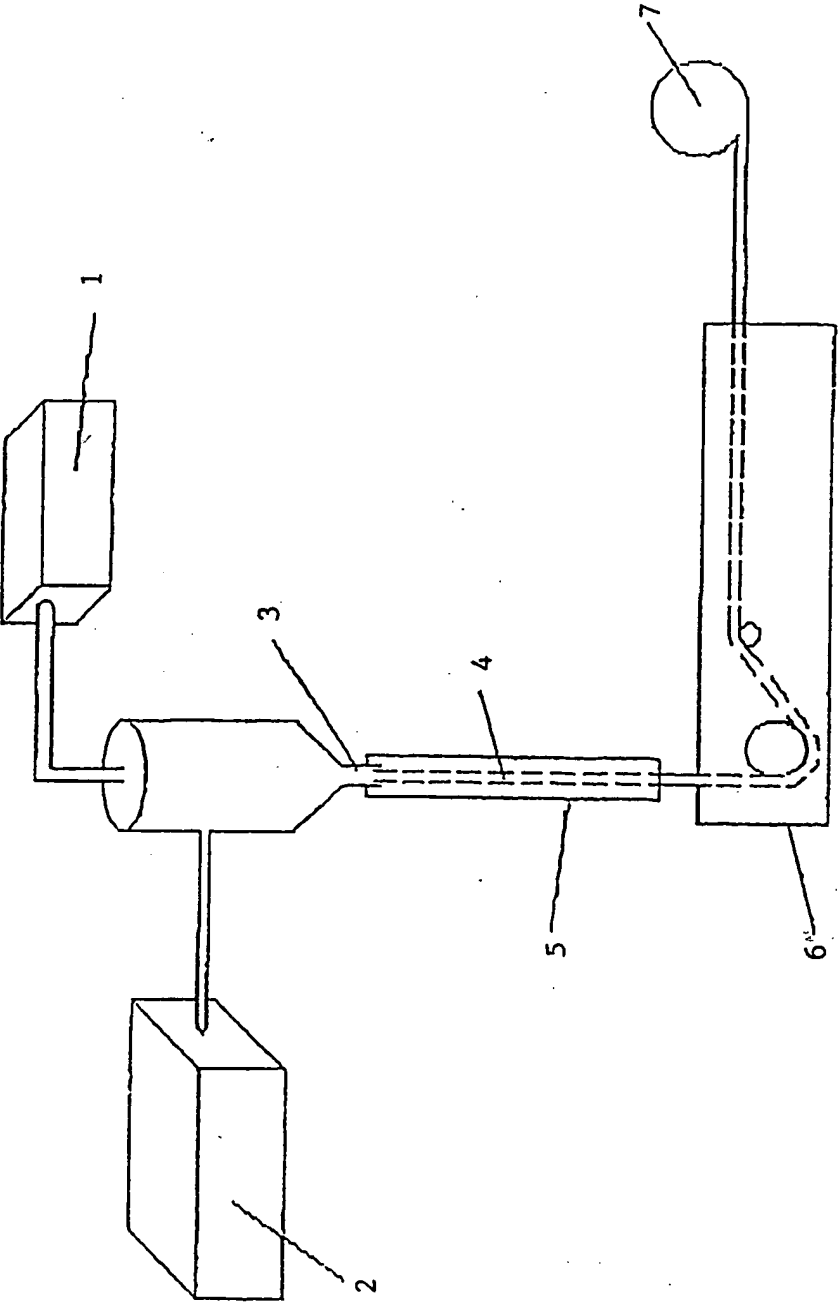


FIGURE UNIQUE

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/FR 00/01985

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 D01F8/10 G02B6/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 D01F G02B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR 2 493 997 A (NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE) 14 May 1982 (1982-05-14) cited in the application the whole document	1-17
A	FR 2 405 806 A (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 11 May 1979 (1979-05-11) cited in the application the whole document	1-17
A	FR 2 252 586 A (MITSUBISHI RAYON CO) 20 June 1975 (1975-06-20) the whole document	1-17
A	EP 0 190 656 A (SUMITOMO CHEMICAL CO) 13 August 1986 (1986-08-13) the whole document	1-17
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

30 October 2000

Date of mailing of the international search report

07/11/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Tarrida Torrell, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No

PCT/FR 00/01985

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 004, no. 156 (P-034), 31 October 1980 (1980-10-31) & JP 55 103504 A (NIPPON TELEGR & TELEPH CORP), 7 August 1980 (1980-08-07) abstract	1-17
A	EP 0 584 632 A (BASF AG) 2 March 1994 (1994-03-02) the whole document	1-4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int l Application No

PCT/FR 00/01985

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2493997	A	14-05-1982	JP 1667883 C	29-05-1992
			JP 3023885 B	29-03-1991
			JP 57081205 A	21-05-1982
			JP 1674493 C	26-06-1992
			JP 3024641 B	03-04-1991
			JP 57084403 A	26-05-1982
			JP 58068003 A	22-04-1983
			DE 3144658 A	16-09-1982
			GB 2089352 A,B	23-06-1982
			NL 8105088 A,B,	01-06-1982
			US 4381269 A	26-04-1983
FR 2405806	A	11-05-1979	US 4161500 A	17-07-1979
			BE 871239 A	13-04-1979
			CA 1120197 A	16-03-1982
			DE 2844754 A	26-04-1979
			DE 2858163 C	15-06-1989
			DE 2858225 C	31-03-1988
			GB 2006790 A,B	10-05-1979
			IT 1099911 B	28-09-1985
			JP 1294480 C	26-12-1985
			JP 54065555 A	26-05-1979
			JP 60018963 B	14-05-1985
			JP 1771519 C	30-06-1993
			JP 4045802 B	28-07-1992
			JP 61005206 A	11-01-1986
			JP 1294518 C	26-12-1985
			JP 58083010 A	18-05-1983
			JP 60018964 B	14-05-1985
			JP 58078103 A	11-05-1983
			NL 7810326 A,B,	18-04-1979
FR 2252586	A	20-06-1975	JP 959174 C	14-06-1979
			JP 50083046 A	04-07-1975
			JP 53042260 B	10-11-1978
			DE 2455265 A	26-06-1975
			GB 1449950 A	15-09-1976
			US 3993834 A	23-11-1976
EP 0190656	A	13-08-1986	JP 61176902 A	08-08-1986
			CA 1261566 A	26-09-1989
JP 55103504	A	07-08-1980	JP 58016163 B	30-03-1983
EP 0584632	A	02-03-1994	DE 4227869 A	24-02-1994
			AT 137511 T	15-05-1996
			DE 59302427 D	05-06-1996
			ES 2086162 T	16-06-1996
			US 5567785 A	22-10-1996

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Der le Internationale No

PCT/FR 00/01985

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 D01F8/10 G02B6/16

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 D01F G02B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	FR 2 493 997 A (NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE) 14 mai 1982 (1982-05-14) cité dans la demande le document en entier ---	1-17
A	FR 2 405 806 A (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY) 11 mai 1979 (1979-05-11) cité dans la demande le document en entier ---	1-17
A	FR 2 252 586 A (MITSUBISHI RAYON CO) 20 juin 1975 (1975-06-20) le document en entier ---	1-17
A	EP 0 190 656 A (SUMITOMO CHEMICAL CO) 13 août 1986 (1986-08-13) le document en entier ---	1-17
	-/--	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

30 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

07/11/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Tarrida Torrell, J

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De de Internationale No

PCT/FR 00/01985

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 004, no. 156 (P-034), 31 octobre 1980 (1980-10-31) & JP 55 103504 A (NIPPON TELEGR & TELEPH CORP), 7 août 1980 (1980-08-07) abrégé	1-17
A	EP 0 584 632 A (BASF AG) 2 mars 1994 (1994-03-02) le document en entier	1-4

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De de Internationale No

PCT/FR 00/01985

Document brevet cit au rapport de recherch	Dat de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Dat de publication
FR 2493997 A	14-05-1982	JP 1667883 C	29-05-1992
		JP 3023885 B	29-03-1991
		JP 57081205 A	21-05-1982
		JP 1674493 C	26-06-1992
		JP 3024641 B	03-04-1991
		JP 57084403 A	26-05-1982
		JP 58068003 A	22-04-1983
		DE 3144658 A	16-09-1982
		GB 2089352 A,B	23-06-1982
		NL 8105088 A,B,	01-06-1982
		US 4381269 A	26-04-1983
FR 2405806 A	11-05-1979	US 4161500 A	17-07-1979
		BE 871239 A	13-04-1979
		CA 1120197 A	16-03-1982
		DE 2844754 A	26-04-1979
		DE 2858163 C	15-06-1989
		DE 2858225 C	31-03-1988
		GB 2006790 A,B	10-05-1979
		IT 1099911 B	28-09-1985
		JP 1294480 C	26-12-1985
		JP 54065555 A	26-05-1979
		JP 60018963 B	14-05-1985
		JP 1771519 C	30-06-1993
		JP 4045802 B	28-07-1992
		JP 61005206 A	11-01-1986
		JP 1294518 C	26-12-1985
		JP 58083010 A	18-05-1983
		JP 60018964 B	14-05-1985
		JP 58078103 A	11-05-1983
		NL 7810326 A,B,	18-04-1979
FR 2252586 A	20-06-1975	JP 959174 C	14-06-1979
		JP 50083046 A	04-07-1975
		JP 53042260 B	10-11-1978
		DE 2455265 A	26-06-1975
		GB 1449950 A	15-09-1976
		US 3993834 A	23-11-1976
EP 0190656 A	13-08-1986	JP 61176902 A	08-08-1986
		CA 1261566 A	26-09-1989
JP 55103504 A	07-08-1980	JP 58016163 B	30-03-1983
EP 0584632 A	02-03-1994	DE 4227869 A	24-02-1994
		AT 137511 T	15-05-1996
		DE 59302427 D	05-06-1996
		ES 2086162 T	16-06-1996
		US 5567785 A	22-10-1996